

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**VAPOR GROWTH DEVICE FOR COMPOUND SEMICONDUCTOR**

Patent Number: JP3112128  
Publication date: 1991-05-13  
Inventor(s): MANABE KATSUhide; others: 04  
Applicant(s): TOYODA GOSEI CO LTD; others:  
Requested Patent: JP3112128  
Application: JP19890251486 19890926  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H01L21/205; H01L33/00  
EC Classification:  
Equivalents: JP2849642B2

**Abstract**

**PURPOSE:** To mix the reactive gas introduced into a liner tube in the upstream part of the liner tube, and also to throttle the gas flow above a substrate so as to obtain a uniform laminar flow by constituting a susceptor out of a liner tube in the shape of an inner tube when placing the substrate for crystal growth on the susceptor, and providing a minute gap at the side where the substrate is placed.

**CONSTITUTION:** A conical liner tube 12, which is expanding in the direction of gas downstream, is provided in an inner chamber 11 surrounded by a quartz tube 10. That is, the cross section vertical to the axis of the liner tube 12 is constituted in a circle that the radius is large along the direction of an X axis being the gas flow direction. Moreover, on the side of the downstream of the liner tube 12, a conical susceptor 20 of barrel type is provided to cover it from upstream side. Moreover, the side of the susceptor 20 on which to place many sapphire substrates 50 is covered with the liner tube 12 small intervals apart. This way, the gap to the upper tube wall 24 of the liner tube 12 is 12mm at the upstream part of the substrate 50, and 4mm at the downstream part, and the reactive gas is made into a high speed and uniform laminar flow above the substrate 50.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2849642号

(45) 発行日 平成11年(1999) 1月20日

(24) 登録日 平成10年(1998)11月13日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

33/00

33/00

C

請求項の数 1 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平1-251486

(22) 出願日 平成1年(1989) 9月26日

(65) 公開番号 特開平3-112128

(43) 公開日 平成3年(1991) 5月13日

審査請求日 平成8年(1996) 9月20日

(73) 特許権者 999999999

豊田合成株式会社

愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑  
1番地

(73) 特許権者 999999999

名古屋大学長

愛知県名古屋市中千種区不老町(番地なし)

(73) 特許権者 999999999

科学技術振興事業団

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

(72) 発明者 真部 勝英

愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑  
1番地 豊田合成株式会社内

(74) 代理人 弁理士 藤谷 修

審査官 加藤 浩一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 化合物半導体の気相成長装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】有機金属化合物ガスを用いた化合物半導体薄膜を気相成長させる装置において、

反応ガス流の上流側に向かって先鋭な円錐形状をし、化合物半導体薄膜を成長させる基板を多数その側面に配設するバレル型のサセプタと、

前記サセプタの基板の配設される側面部の上部を微小間隙を空けて覆うと共に前記サセプタを前記反応ガスの上流側から覆うライナー管と、

前記ライナー管の内部に反応ガスを分離して導く複数の導入管と、

を有することを特徴とする化合物半導体の気相成長装置。

【発明の詳細な説明】

【産業上の利用分野】

本発明は化合物半導体の気相成長装置に関する。

【従来技術】

従来、有機金属化合物気相成長法(以下「MOVPE」と記す)を用いて、窒化ガリウム系化合物半導体( $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ;  $x=0$ を含む)薄膜をサファイア基板上に気相成長させることや、その窒化ガリウム系化合物半導体薄膜を発光層とする発光素子が研究されている。

窒化ガリウム系化合物半導体の単結晶ウェハーが容易に得られないことから、窒化ガリウム系化合物半導体をそれと格子定数の近いサファイア基板上にエピタキシャル成長させることが行われている。

そして、GaAsでは、円錐形状のバレル型のMOVPE法による気相成長装置を用いて、一度に多数枚のウェハーの気相成長を行っている。

【発明が解決しようとする課題】

R007306

1

ところが、窒化ガリウム系化合物半導体を異物質で格子定数の異なるサファイア基板に結晶成長させる場合には、結晶成長が困難であるため、反応ガスの微妙な乱れが直ちに格子欠陥につながる。又、窒化ガリウム系化合物半導体の気相成長の場合には、成長温度が高いためⅤ族元素の蒸気圧が高くなり、化学量論数のバランスがくずれやすく、均質な大面積の結晶膜を得ることが困難である。従って、反応ガスの層流をくずさずに、流速を向上させることが必要となる。

ところが、従来のバレル型の気相成長装置では、均一なガス流が得難く、化学量論数のバランスがくずれ易いGa<sub>x</sub>等では、均質な大面積の結晶膜を得ることが困難であり、結晶にビットが発生し易く、表面モロロジーも悪いという問題があった。

本発明は、上記の課題を解決するために成されたものであり、その目的とするところは、バレル型の気相成長装置において、化合物半導体、特に、サファイア基板上に窒化ガリウム系化合物半導体を結晶成長させる場合において、成長速度及び結晶の質に場所依存性の少ない結晶成長を多量に行うための装置を提供することである。

#### 【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するための発明の構成は、有機金属化合物ガスを用いた化合物半導体薄膜を気相成長させる装置において、

反応ガス流の上流側に向かって先鋭な円錐形状をし、化合物半導体薄膜を成長させる基板を多数その側面に配設するバレル型のサセプタと、

前記サセプタの基板の配設される側面部の上部を微小間隙を空けて覆うと共に前記サセプタを前記反応ガスの上流側から覆うライナー管と、

前記ライナー管の内部に反応ガスを分離して導く複数の導入管と、  
を有することをである。

#### 【作用】

結晶成長の基板は円錐形状をしたバレル型のサセプタに載置される。そのサセプタは円錐形状のライナー管により、基板の載置される側面部で微小間隙を空けて覆われている。従って、ライナー管に導入管で導かれた反応ガスは、ライナー管の上流部で混合されると共に、基板の上部では、ガス流が絞られ円周方向及び径方向に均一な高速の層流が得られる。

#### 【発明の効果】

この結果、円錐形状のサセプタの側面部の位置によらず均一な結晶の成長が可能となり、一度に多数枚の結晶成長したウエハを得ることができる。

#### 【実施例】

以下、本発明を具体的な実施例に基づいて説明する。

第1図において、石英管10はその上端でリング15でシールされてフランジ14に当接し、緩衝材38と固定具39を用い、ボルト46,47とナット48,49等により数箇所に

2

フランジ14に固定されている。又、石英管10の下端はリング40でシールされてフランジ27に螺子締固定具41,42により固定されている。

石英管10で囲われた内室11には、反応ガスを導くライナー管12が配設されている。

ライナー管12はガスの下流方向に広がった円錐形状をしている。従って、そのライナー管12の軸に垂直な断面は、第2図～第5図に示すように、ガス流の方向であるX軸方向に沿って半径の大きくなる円形をしている。

又、ライナー管12は、その下流側において、円錐形状をしたバレル型のサセプタ20を上流側から覆っている。そして、多数のサファイア基板50が載置されるサセプタ20の側面部では、ライナー管12はサセプタ20を微小間隙を隔てて覆っている。即ち、サファイア基板50とそれに面するライナー管12の上部管壁24との間隙は、サファイア基板50の上流部で12mm、下流部で4mmに構成されている。このように、本実施例では、微小間隙を下流側に沿って絞っている。このようにすることで、サファイア基板50上で反応ガスの高速な均一な層流を得ることができる。

サセプタ20には操作棒26が接続されており、フランジ27を取り外してその操作棒26により、サファイア基板50を載置したサセプタ20をライナー管12の内部に設置したり、結晶成長の終わった時に、ライナー管12からサセプタ20を取り出せるようになっている。

又、ライナー管12の上流側には、第1ガス管28と第2ガス管29とが配設されている。第1ガス管28は第2ガス管29の内部にあり、それらの両管28,29は同軸状に2重管構造をしている。第1ガス管28の第2ガス管29で覆われていない部分の周辺部には多数の穴30が開けられており、第2ガス管29にも多数の穴30が開けられている。そして、第1ガス管28により導入された反応ガスはライナー管12内へ吹出し、その場所で、第2ガス管29により導入されたガスと初めて混合される。

その第1ガス管28は第1マニホールド31に接続され、第2ガス管29は第2マニホールド32に接続されている。そして、第1マニホールド31にはキャリアガスの供給系統Iとトリメチルガリウム（以下「TMG」と記す）の供給系統Jとトリメチルアルミニウム（以下「TMA」と記す）の供給系統Kとジエチル亜鉛（以下「DEZ」と記す）の供給系統Lとが接続され、第2マニホールド32にはNH<sub>3</sub>の供給系統Hとキャリアガスの供給系統Iとが接続されている。

又、石英管10の外周部には冷却水を循環させる冷却管33が形成され、その外周部には高周波電界を印加するための高周波コイル34が配設されている。

又、ライナー管12はフランジ14を介して外部管35と接続されており、その外部管35からはキャリアガスが導入されるようになっている。

又、サセプタ20の側面部の試料載置面20aには、試料

の温度を測定する熱電対43が配設されており、その熱電対43に接続された導線44,45が操作棒26に沿って、外部に延びており、それにより、試料の温度を外部から測定できるように構成されている。

このような装置構成により、第1ガス管28で導かれたTMGとTMAとDEZと $H_2$ との混合ガスと、第2ガス管29で導かれた $NH_3$ と $H_2$ との混合ガスがそれらの管の出口付近で混合され、その混合反応ガスはライナー管12によりサセプタ20の側へ導かれ、サファイア基板50とライナー管12の上部管壁24との間で形成された間隙を通過する。この時、サファイア基板50上の反応ガスの流れは、微小間隙により、円錐の円周方向及び高さ方向に均一化された層流となる。この結果、基板上での場所依存性の少ない良質な結晶が成長する。

尚、N型の $Al_xGa_{1-x}N$ 薄膜を形成する場合には、DEZを停止させて第1ガス管28と第2ガス管29から混合ガスを流出させれば良く、I型の $Al_xGa_{1-x}N$ 薄膜を形成する場合には、DEZを供給して第1ガス管28と第2ガス管29とからそれぞれの混合ガスを流出させれば良い。I型の $Al_xGa_{1-x}N$ 薄膜を形成する場合には、DEZはサファイア基板50に吹き付けられ熱分解し、ドーパント元素は成長する $Al_xGa_{1-x}N$ にドーピングされて、I型の $Al_xGa_{1-x}N$ が得られる。

次に本装置を用いて、サファイア基板50上に次のようにして結晶成長をおこなった。

まず、有機洗浄及び熱処理により洗浄した(0001)面を主面とする単結晶のサファイア基板50をサセプタ20に装着する。次に、 $H_2$ を3ℓ/分で、第1ガス管28及び第2ガス管29及び外部管35を介してライナー管12に流しながら、温度1100℃でサファイア基板50を気相エッチングした。次に温度を400℃まで低下させて、第1ガス管28

から $H_2$ を10ℓ/分、15℃のTMA中をバブリングした $H_2$ を50cc/分、第2ガス管29から $H_2$ を10ℓ/分、 $NH_3$ を10ℓ/分で2分間供給した。

この成長工程で、第6図に示すように、AlNのバッファ層51が約250Åの厚さに形成された。次に、TMAの供給を停止して、試料温度を1150℃に保持し、第1ガス管28から $H_2$ を10ℓ/分、-15℃のTMG中をバブリングした $H_2$ を100cc/分、第2ガス管から $H_2$ を10ℓ/分、 $NH_3$ を10ℓ/分で60分間供給し、膜厚約7μmのN型のGa<sub>0.5</sub>Nから成るN層52を成長させた。

このN層52のSEM像及びRHEED像を測定した結果、良好な結晶が得られていることが分かった。

又、サファイア基板50の幅方向(ガス流に垂直な方向)及び長さ方向(ガス流に平行な方向)の膜厚を測定したが、均一な膜厚が得られた。

#### 【図面の簡単な説明】

第1図は本発明の具体的な一実施例に係る気相成長装置の構成図、第2図、第3図、第4図、第5図はX軸に垂直なライナー管及びその内部の断面図、第6図はサファイア基板に成長する薄膜の構造を示した断面図である。

10……石英管、12……ライナー管

20……サセプタ

28……第1ガス管、29……第2ガス管

50……サファイア基板

51……AlNバッファ層

52……N層

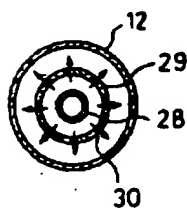
H…… $NH_3$ の供給系統

I……キャリアガスの供給系統

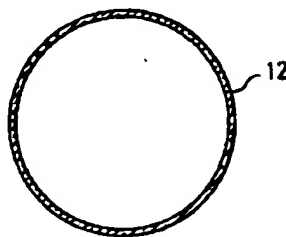
J……TMGの供給系統、K……TMAの供給系統

L……DEZの供給系統

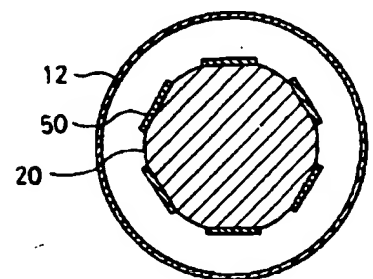
【第2図】



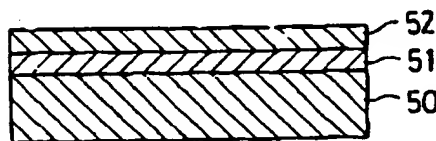
【第3図】



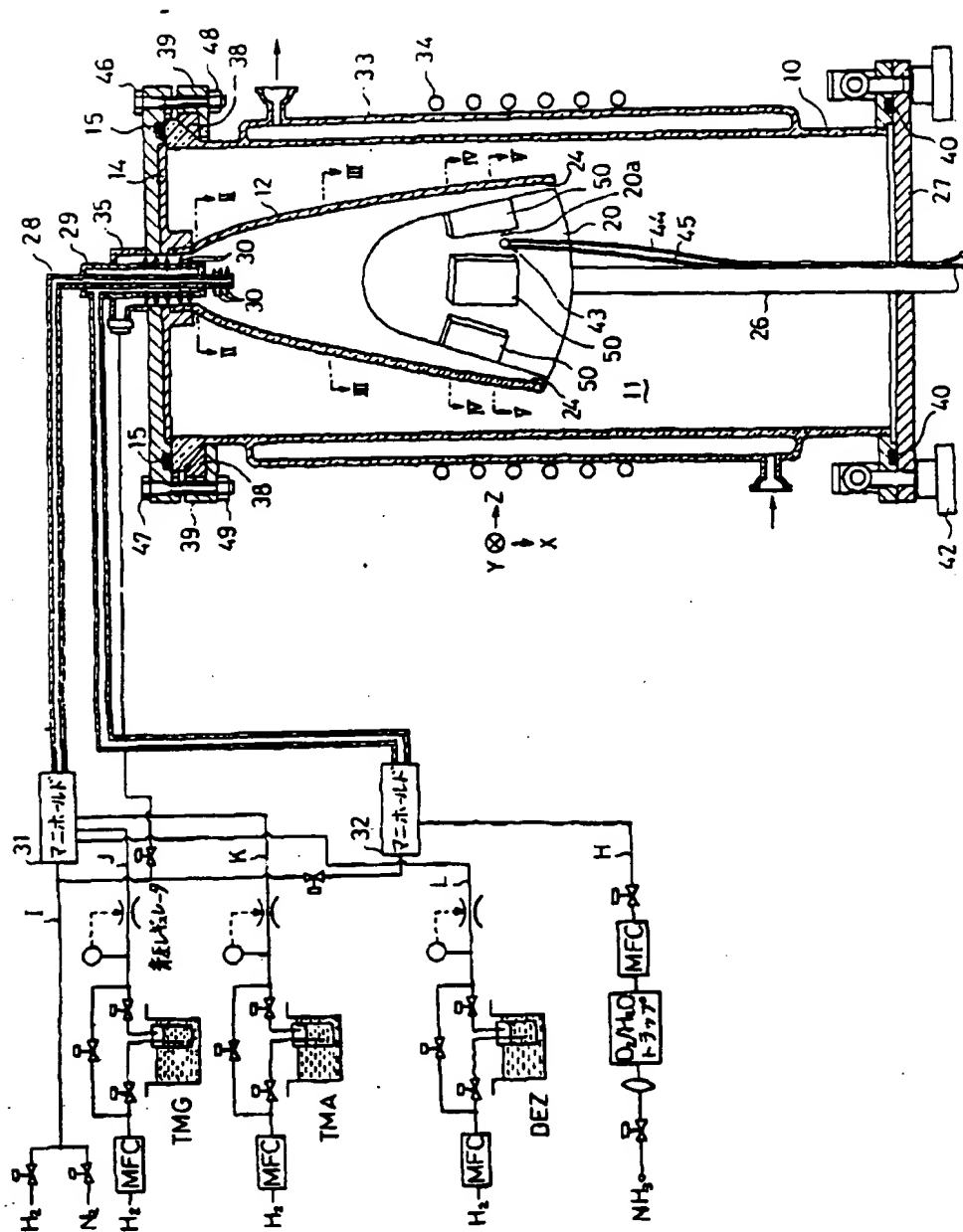
【第4図】



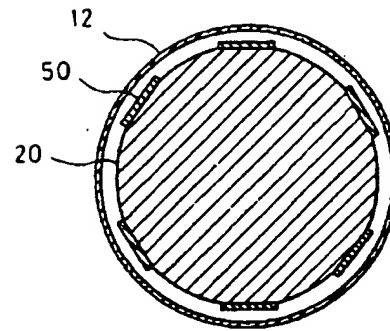
【第6図】



【第1図】



【第5図】



## フロントページの続き

(72)発明者 小滝 正宏  
愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑  
1番地 豊田合成株式会社内

(72)発明者 佐々 道成  
愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑  
1番地 豊田合成株式会社内

(72)発明者 山崎 史郎  
愛知県西春日井郡春日村大字落合字長畑  
1番地 豊田合成株式会社内

(72)発明者 赤崎 勇  
愛知県名古屋市千種区不老町(番地な  
し) 名古屋大学内

(56)参考文献 特開 昭56-37296 (J P, A)  
特開 昭58-223695 (J P, A)  
特開 昭63-292620 (J P, A)  
特開 平2-146725 (J P, A)  
実開 昭63-124733 (J P, U)

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>6</sup>, D B 名)  
H01L 21/205  
H01L 33/00